

①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①⑫ **Offenlegungsschrift**
①⑪ **DE 3529922 A1**

②① Aktenzeichen: P 35 29 922.3
②② Anmeldetag: 21. 8. 85
④③ Offenlegungstag: 26. 2. 87

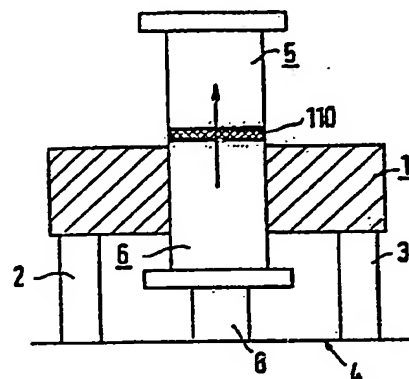
⑤① Int. Cl. 4:
H01L 41/22
C 04 B 35/84
H 04 R 31/00
B 30 B 11/02
B 22 F 3/04

⑦① Anmelder:
Siemens AG, 1000 Berlin und 8000 München, DE

⑦② Erfinder:
Dlugosch, Dieter, 8807 Heilsbronn, DE

⑤④ **Verfahren und Vorrichtung zum Fertigen von piezokeramischen Membranen**

Beim Fertigen von piezokeramischen Membranen durch Sintern von Membranrohlings aus pulverförmigem Material soll der Membranrohling durch Pressen hergestellt werden. Dazu wird eine Presseinrichtung mit einer Preßmatrize und relativ dazu verschiebbaren Unter- und Oberstempel verwendet, mit denen eine Schicht vorgegebener Dicke des Ausgangspulvers unter vorgegebenem Druck gepreßt wird, wobei nach dem volumetrischen Einfüllen des Ausgangsmaterials bei abgesenktem Unterstempel das Einebnen des Pulvers zumindest durch zweimaliges Abstreifen in gegenläufigen Richtungen erfolgt und nach dem Pressen zum Entformen des Membranrohlings Unterstempel und Oberstempel im gepreßten Zustand synchron relativ zur Preßmatrize verschoben und erst anschließend Oberstempel und Unterstempel auseinanderbewegt werden. Bei der zugehörigen Vorrichtung wird eine an sich aus der Pulvermetallurgie bekannte Pulverpresse aus Preßmatrize sowie relativ gegeneinander bewegliche Unter- und Oberstempel (5, 6) verwendet, wobei eine Ringmatrize (1), eine Füllereinrichtung (7) zur volumetrischen Füllung der Ringmatrize (1) sowie ein Abstreif-Lineal (9) zur Verteilung des eingefüllten Pulvers vorhanden sind.



DE 3529922 A1

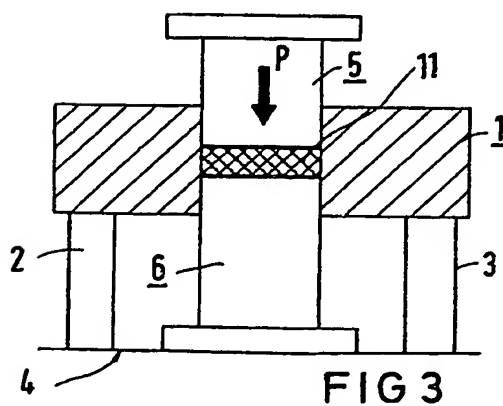
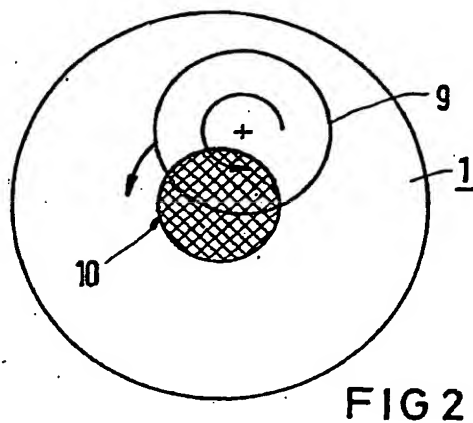
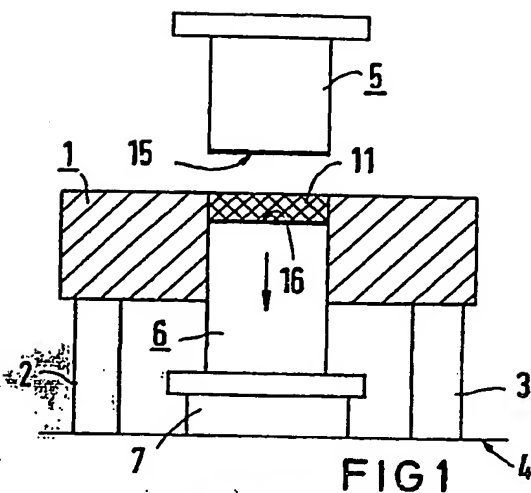
DE 3529922 A1

3529922

Nummer:
Int. Cl. 4:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

35 29 922
H 01 L 41/22
21. August 1985
28. Februar 1987

1/2



Patentsprüche

1. Verfahren zum Fertigen von piezokeramischen Membranen durch Sintern von Membranrohlings aus pulverförmigem Material, dadurch gekennzeichnet, daß der Membranrohring durch Pressen hergestellt wird, wobei eine Preßeinrichtung mit einer Preßmatrize und relativ dazu verschiebbaren Unter- und Oberstempel verwendet werden, mit denen eine Schicht vorgegebener Dicke des Ausgangspulvers unter vorgegebenem Druck gepreßt wird, wobei

a) nach dem volumetrischen Einfüllen des Ausgangsmaterials bei abgesenktem Unterstempel das Einebnen des Pulvers zumindest durch zweimaliges Abstreifen in gegenläufigen Richtungen erfolgt und
b) zum Entformen des Membranrohlings Unterstempel und Oberstempel im gepreßten Zustand synchron relativ zur Preßmatrize verschoben und erst anschließend Oberstempel und Unterstempel auseinander bewegt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß vor dem volumetrischen Einfüllen des Pulvers Gleitmittel auf die Preßflächen von Oberstempel und Unterstempel aufgebracht werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß für den Preßvorgang die gefüllte Preßmatrize abgesenkt wird, der Oberstempel zunächst bis zum Matrizenrand bewegt und der weitere Vorschub bis zur Preßstellung mit verringerter Geschwindigkeit erfolgt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß beim Preßvorgang der Preßdruck zwischen 0,5 und 2 t/cm² und die Preßzeit zwischen 0,5 und 3 Sekunden liegt.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß Preßdruck und Preßzeit aufeinander abgestimmt werden.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei Verfahrensschritt b) das Abheben des Oberstempels von der Membran mit einer Geschwindigkeit ≤ 1 mm/s erfolgt.

7. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 oder einem der Ansprüche 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß eine an sich aus der Pulvermetallurgie bekannte Pulverpresse aus Preßmatrize mit gegeneinander relativ beweglichen Unter- und Oberstempel vorhanden ist, die eine Ringmatrize (1), eine Fülleinrichtung (7) zur volumetrischen Füllung der Ringmatrize und einem Abstreif-Lineal (9) zur Verteilung des eingefüllten Pulvers aufweist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Preßflächen (15, 16) eine Oberflächenrauigkeit zwischen 4 und 9 µm R, haben.

9. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Preßflächen (15, 16) von Ober- und Unterstempel (5, 6) mit Mitteln zum Gleiten des Pulvers versehen sind.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Gleitmittel ein Rüböl ist.

11. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Gleitmittel eine Hartstoffschicht ist.

12. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Abstreif-Lineal (9) ein Haar-Lineal ist.

13. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Haar-Lineal (9) im wesentlichen aus einem Rohr mit kreisförmiger Linealkante besteht, das eine rotierende Bewegung um die Matrizenöffnung ausführt.

14. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Haar-Lineal (9) aus einem konzentrischen Doppelrohr besteht, bei dem der Abstand der Rohrwandungen klein gegenüber dem Durchmesser ist.

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Fertigen von piezokeramischen Membranen durch Sintern von Membranrohlings aus pulverförmigem Material. Daneben bezieht sich die Erfindung auf die zugehörige Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Beispielsweise für Fernsprechanlagen od. dgl. werden piezokeramische Membranen benötigt. Solche Membranen haben durchweg eine Stärke von weniger als 200 µm, beispielsweise zwischen 80 und 160 µm, und bestehen speziell aus Mischungen von Bleioxiden, Titanoxiden und Zirkonoxiden, die durch einen Umsetzbrand piezokeramischen Charakter bekommen.

Bisher wurden Membranen aus Piezokeramik für obige Anwendungszwecke aus einer aufgeschlemmten, wässrigen Lösung, dem sogenannten Schlicker, als Folien gegossen. Diese Folien werden im Ofen getrocknet und anschließend die entsprechenden Durchmesser für die einzelnen Membranen ausgestanzt. Die Einhaltung der geforderten Foliendicke sowie deren Parallelität ist problematisch, da sie von der Viskosität des Schlickers sowie von der Ebenheit des Transportbandes abhängen. Diese Probleme sind trotz hohem regeltechnischen Aufwand nur schwer beherrschbar und bis heute nicht gelöst.

Weiterhin werden beim sogenannten Schlickerverfahren die gesamten Folien mit zusätzlichem Zirkonoxid beschichtet, was zur Folge hat, daß der Stanzabfall sowie auch der Ausschuß nicht wieder als Rohstoff verwendbar ist. Bei den bisherigen Fertigungstechnologien konnte daher das Rohmaterial teilweise nur zu einem Drittel ausgenutzt werden.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein neues Verfahren und eine zugehörige Vorrichtung anzugeben, mit denen piezokeramische Membranen besser zu fertigen sind.

Gemäß der Erfindung wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß der Membranrohring durch Pressen hergestellt wird, wobei eine Preßeinrichtung mit einer Preßmatrize und relativ dazu verschiebbaren Unter- und Oberstempeln verwendet werden, mit denen eine Schicht vorgegebener Dicke des Ausgangspulvers unter vorgegebenem Druck gepreßt wird, wobei

a) nach dem volumetrischen Einfüllen des Ausgangsmaterials bei abgesenktem Unterstempel das Einebnen des Pulvers zumindest durch zweimaliges Abstreifen in gegenläufigen Richtungen erfolgt und
b) zum Entformen des Membranrohlings Unterstempel und Oberstempel im gepreßten Zustand synchron relativ zur Preßmatrize verschoben und erst anschließend Oberstempel und Unterstempel auseinander bewegt werden.

Mit der Erfindung gelingt es nun erstmalig, zur Herstellung von dünnen piezokeramischen Membranen ein Preßverfahren erfolgreich anzuwenden. Dabei werden vorzugsweise vor dem volumetrischen Einfüllen des Pulvers Gleitmittel auf die Preßflächen von Oberstempel und Unterstempel aufgetragen. Für den eigentlichen Preßvorgang zwischen den Teilschritten a) und b) wird die gefüllte Preßmatrize abgesenkt, der Oberstempel zunächst bis zum Matrizenrand bewegt und der weitere Vorschub erfolgt mit verringerter Geschwindigkeit. Beim Preßvorgang liegt der Preßdruck vorteilhafterweise zwischen 0,5 und 2 t/cm² und die Preßzeit zwischen einer halben und 3 Sekunden. Im einzelnen werden Preßdruck und Preßzeit aufeinander abgestimmt.

Die zugehörige Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens macht Gebrauch von einer Pulverpresse aus Preßmatrize mit gegeneinander relativ beweglichen Unter- und Oberstempel, wie sie an sich aus der Pulvermetallurgie bekannt ist. Im einzelnen ist wenigstens eine Ringmatrize, eine Füllereinrichtung zur volumetrischen Füllung der Ringmatrize und ein Abstreif-Lineal zur Verteilung des eingefüllten Pulvers vorhanden. Für die Preßqualität der Membrane ist es von entscheidender Bedeutung, daß Preßflächen eine Oberflächenrauigkeit, vorzugsweise zwischen 4 und 9 µm R_a aufweist. Dabei sind vorteilhafterweise die Preßflächen von Ober- und Unterstempel mit Mitteln zum Gleiten des Keramikpulvers versehen. Vorteilhaft ist das Gleitmittel ein sogenanntes Ricböl, das jeweils vor dem Preßvorgang aufgetragen wird. Das Gleitmittel kann aber auch eine Hartstoffschicht sein, die permanent auf den Preßflächen vorhanden ist. Das Abstreif-Lineal ist durch ein Haar-Lineal gebildet, das vorteilhafterweise aus einem Rohr mit kreisförmiger Linealkante besteht, welches eine rotierende Bewegung um die Matrize ausführt. Sehr geeignet haben sich auch zwei konzentrische Doppelrohre erwiesen, bei denen der Abstand der Rohrwandungen klein gegenüber dem Durchmesser ist.

Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Figurenbeschreibung eines Ausführungsbeispiels anhand der Zeichnung in Verbindung mit den Unteransprüchen. Es zeigt die

Fig. 1 schematisch eine verwendete Preßeinrichtung in Seitenansicht und

Fig. 2 deren Draufsicht, wobei der Vorgang des Einlebens dargestellt wird sowie die

Fig. 3 bis 5 die Verfahrensschritte des Pressens, sowie des Entformens in zwei unterschiedlichen Phasen entsprechend der in Fig. 1 dargestellten Preßeinrichtung.

Zunächst werden die Figuren zusammen beschrieben und nachfolgend der Fertigungsverfahren dargestellt.

In den Fig. 1 sowie 3 bis 5 ist eine Ringmatrize 1 dargestellt, welche auf Stützen 2 und 3 auf einem Werkzeuggestell 4, das lediglich durch einen horizontalen Strich angedeutet ist, exakt waagrecht gelagert ist. Mit 5 sind ein Oberstempel und mit 6 ein Unterstempel bezeichnet, welche in senkrechter Richtung frei beweglich sind. In Fig. 1 bedeutet 7 ein geschliffener Klotz als Füllhöhenleiste zwecks Füllhöhenfestlegung der Membranen; in Fig. 4 und 5 kennzeichnet 8 einen entsprechend geschliffenen Klotz als Entformungsleiste.

Für die Fertigung von Telefonmembranen hat sich in der Praxis beispielsweise eine Ringmatrize 1 mit einer Bohrungsöffnung von 53 mm Durchmesser bewährt, wobei die Stützleisten 2 und 3 zweckmäßigerweise eine Höhe von 80 mm und die Füllhöhenleiste eine Höhe von 24,5 mm haben. Damit ergibt sich ein Füllraum von 0,6 mm, was einer fertiggepreßten Membran von 170

µm Stärke entspricht. Für dünnere bzw. dickere Membranen muß die Füllhöhenleiste 3 vergrößert bzw. verkleinert werden.

In der Draufsicht nach Fig. 2 ist zusätzlich als Abstreif-lineal ein Rohr 9 als Haar-Lineal angeordnet, das kreisende Bewegungen durchführen kann und somit das Einlebens des Pulvers durch mehrmaliges Abstreifen in gegenläufige Richtungen ermöglicht. Das Rohr 9 hat einen größeren Durchmesser als der Matrizenfüllraum, wobei der Mittelpunkt bei der Rotationsbewegung außerhalb des Füllraumes liegen muß.

Statt eines einzigen Rohres kann vorteilhaft ein Doppelrohr aus konzentrischen Einzelrohren verwendet werden, bei dem der Abstand der Rohrwandungen klein gegen die Durchmesser ist. Dabei dient das innere Rohr als Vorratsbehälter für überschüssiges Pulver und übernimmt das äußere Rohr die Abstreiffunktion des Haar-Lineals.

Zum Fertigen von Membranen durch Pressen von Keramikpulver wird folgendermaßen vorgegangen:

Als Ausgangsmaterial wurde sprühtrocknetes, piezokeramisches Pulver einer mittleren Korngröße von 12 µm verwendet. Beispielsweise kommt als Rohmaterial ein Gemisch von Titanoxid, Bleioxid und Zirkonoxid in Frage, das durch einen Umsetzbrand die piezokeramischen Eigenschaften annimmt und die Strukturformel $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti}, \text{O}_2)$ hat. Vor dem Pressen werden die Stirnseiten 15 und 16 vom Oberstempel 5 und Unterstempel 6, d.h. die wirksamen Preßflächen, mit einem Gleitmittel beschichtet. Dafür wird vorteilhafterweise ein sogenanntes Ricböl verwendet, was aus bekannten organischen Komponenten besteht. Statt der separaten Beschichtung mit Ricböl für jeden Preßvorgang können die Preßflächen 15 und 16 ggf. auch mit geeigneten Hartstoffschichten versehen sein.

Zum Einfüllen wird mit Hilfe des geschliffenen Klotzes 7 die volumetrische Füllhöhe eingestellt. Zum Befüllen der Preßkavität 10 wird Keramikpulver 11 mit einem Spatel in den Matrizenfüllraum gegeben und anschließend mit dem Haar-Lineal 9 verteilt und eingeebnet. Dabei erfolgt das Abstreifen zumindest in zwei gegenläufige Richtungen.

Anschließend wird der Unterstempel 6 mit dem Keramikpulver bis in die Mitte der Matrize 1 in die Preßposition abgesenkt. Damit ist ein Verwehen des Pulvers beim Eintauchen des Oberstempels 5 in die Matrize 1 verhindert. Der Oberstempel 5 wird nun mit deutlich verringerter Geschwindigkeit in die Matrize 1 eingefahren und bei Erreichen der Preßposition wird das Pulver mit dem eingestellten Druck, beispielsweise 1,2 t/cm², ca. 2 Sekunden lang gepreßt.

Nach dem Preßvorgang wird zunächst der Druck weggenommen. Anschließend wird die Presse auseinandergefahren, wobei der Oberstempel 5 in der Matrize 1 verbleibt. Nun wird der Unterstempel 6 und Oberstempel 7 synchron mit der gepreßten Membran 110 soweit aus der Matrize 1 bewegt, bis sich die Oberkante des Unterstempels ca. 2 mm über dem oberen Rand der Matrize 1 befindet. Jetzt wird der Oberstempel 5 mit einer Geschwindigkeit ≤ 1 mm/s abgehoben, wonach die gepreßte Membran vom Unterstempel 6 abgenommen werden kann.

Es hat sich gezeigt, daß mit einem derartigen Fertigungsverfahren Membranen vorgegebbarer Dicke und guter Parallelität zu erreichen sind. Die Membranen sind im gepreßten Zustand handhabbar und können so im Stapel dem Fertigbrand zugeführt werden.

3529922

2/2

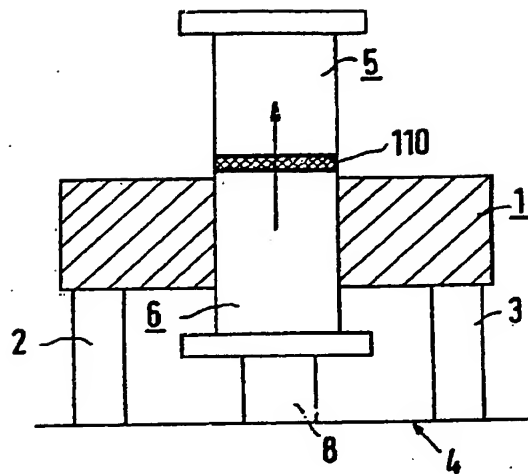


FIG 4

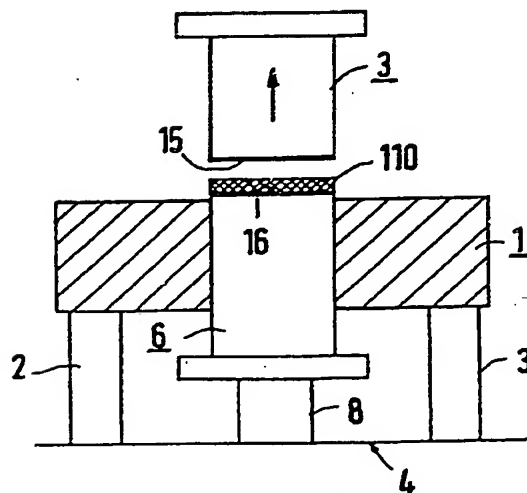


FIG 5